УДК 548.732

ПЛАНАРНЫЕ ПАРАБОЛИЧЕСКИЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ ЛИНЗЫ ИЗ СТЕКЛОГРАФИТА С МАЛЫМ РАДИУСОМ КРИВИЗНЫ

© 2006 г. А. Н. Артемьев¹, А. А. Снигирев², В. Г. Кон¹, И. И. Снигирева², Н. А. Артемьев^{1, 3}, М. В. Григорьев⁴, Л. С. Гликин⁵, М. С. Левтонов⁵, В. В. Квардаков¹, А. В. Забелин¹, А. Г. Маевский¹

¹Российский научный центр "Курчатовский Институт", Москва, Россия
²European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France
³Laboratoire d' Optique Appliquee, ENSTA, Palaiseau, France
⁴Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов
142432 Черноголовка, Россия
⁵НПО "Механотрон", Зеленоград, Россия
Поступила в редакцию 20.06.2005 г.

В работе представлены планарные параболические линзы из стеклографита и экспериментальные результаты по фокусировке синхротронного излучения (СИ) с их помощью. Нами были созданы линзы с радиусом кривизны 5 мкм и с геометрической апертурой 40 мкм. Количество элементарных двояковогнутых линз в составных линзах было 7 и 200. Планарная линза позволяет получать линейный фокус соизмеримый с глубиной рельефа параболического профиля. Линзы были испытаны на канале BM-5 Европейского источника СИ ESRF. Полученный минимальный размер фокальной линии составляет 1.4 мкм, что превышает расчетное значение. Причины уширения фокуса обсуждаются.

введение

В течение последнего десятилетия активно разрабатывается новая область в оптике - составные рефракционные оптические элементы для жесткого рентгеновского излучения [1]. Углерод в различных формах является очень привлекательным материалом для изготовления составных рефракционных линз. В работе [2] описаны составные рентгеновские линзы из пирографита. Эти линзы были изготовлены в форме последовательных отверстий, просверленных в блоке материала. Также были разработаны алмазные планарные линзы с глубиной профиля 200 мкм [3]. Недавно нами были изготовлены планарные линзы из нового технологического материала - стеклографита [4]. Несмотря на большое разнообразие материалов, использованных для изготовления линз, исследование стеклографита представляется вполне актуальным.

В настоящей работе описаны рентгеновские планарные параболические составные рефракционные линзы (СРЛ) с малым радиусом кривизны, выполненные из стеклографита. Этот материал обладает уникальной совокупностью свойств, необходимых для изготовления таких линз. Это высокая прозрачность на средней энергии рентгеновского излучения, высокая радиационная стойкость и термостабильность, абсолютная нетоксичность как самого материала, так и продуктов его распада, совместимость с высоковакуумными условиями. Поэтому стеклографит оказывается весьма привлекательным материалом для получения как фокусирующих и изображающих линз, так и первичных оптических элементов, устанавливаемых в высоком вакууме для предварительной коллимации и фильтрации белых пучков. Следует отметить, что некоторые свойства данного материала не позволяют вести его обработку обычными механическими и химическими методами. Поэтому пришлось разработать другие методы формирования прецизионных отверстий заданной формы.

Нами предложены два метода изготовления рефракционных линз с помощью лазерной абляции. В первом методе был применен прием пошагового удаления материала путем прожигания тонких отверстий сфокусированным лазерным лучом [4]. Во втором методе была использована принципиально новая схема, в которой уменьшенное в сотни раз изображение маски, установленной внутри резонатора лазера, передавалось на обрабатываемую поверхность стеклографитового бруска, являющегося в то же самое время одним из зеркал резонатора. Последний метод описывается в настоящей работе.

Вышеупомянутые методы могут быть легко адаптированы для изготовления линз в таких материалах, как алмаз и сапфир, которые обладают рядом интересных с точки зрения СРЛ свойств, но не поддаются обработке другими методами. Более того, предложенные нами материалы и мето-

ды обработки, обладают рядом преимуществ по сравнению с другими методами изготовления СРЛ, такими как: глубокая рентгеновская литография с последующим прессованием (LIGA) [5], механическое сверление [6] и штамповка [7]. В первом случае метод лазерной абляции значительно выигрывает в сравнении с технологией LIGA, так как является прямым, в то время как технология LIGA – это сложный многоступенчатый процесс оптического, химического, физического методов обработки, а также сложного и дорогостоящего процесса изготовления рентгеновской маски. Более того, методам лазерной абляции доступен более широкий спектр материалов, в то время как технология LIGA ограничена узким набором фоторезистов и несколькими металлами (никель и золото), поддающимися электролитическому осаждению. Очевидно, что в противовес нашим материалам, фоторезисты обладают малой радиационной стойкостью и плохой термической стабильностью, а металлы – никель и золото – очень сильно поглощают рентгеновское излучение.

Сравнивая предложенный нами метод внутрирезонаторного лазерного испарения с механическими методами обработки, можно отметить как минимум два фактора, говорящих в пользу нашего метода. В процессе механической обработки точность соблюдения формы и шероховатость рабочих поверхностей элементарных линз в лучшем случае равны, а зачастую и хуже, чем точность изготовления и шероховатость обрабатывающего инструмента, что связано с образованием стружки и сложностью изготовления столь малоразмерного инструмента. Другие же проблемы, связанные с точностью позиционирования инструмента над обрабатываемыми поверхностями, присущи всем вышеназванным методам изготовления СРЛ, кроме LIGA. В предложенном нами методе внутрирезонаторного проецирования маски, размеры самой маски в сотни раз превосходят размеры элементарной линзы, что заметно упрощает соблюдение формы маски при её изготовлении. Более того, в спроецированном (с уменьшением) изображении маски, неточности формы и шероховатости краев маски уменьшаются в соответствующее число раз, что делает возможным изготовление линз высокого качества.

К недостаткам наших методов можно отнести конечную глубину обработки и трудности удержания формы на больших глубинах. К сожалению, нельзя не признать, что такими методами можно изготавливать лишь двумерные структуры, то есть планарные линзы для одномерной фокусировки.

При использовании метода внутрирезонаторного лазерного испарения, были изготовлены стеклографитовые параболические составные рефракционные линзы с радиусом кривизны 5 мкм и с геометрической апертурой 40 мкм. Число двояковогнутых элементов в составных линзах было 7 и 200. Минимальный измеренный размер фокуса составил 1.4 мкм. Результаты показывают, что, несмотря на невысокое качество полученных образцов стеклографитовых линз, этот новый материал и новые методы изготовления, хорошо подходят для производства новых рентгеновских оптических элементов.

ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЛИНЗ

Здесь мы описываем новый метод изготовления линз из стеклографита. Плотность стеклографита составляет 1.5 г/см³. Линзы были изготовлены при помощи лазерного травления. Графит очень хорош для такой обработки, потому что он практически не плавится и не образует капель. Кроме того, в результате окисления углерода появляется газообразная двуокись углерода, и поэтому процедура может выполняться на открытом воздухе.

В предыдущей работе [4] использовался метод, состоящий из непосредственного травления стеклографита с поверхности образца посредством нагрева пучком лазера. Диаметр лазерного пучка составлял примерно 30 мкм, а его положение задавалось с помощью точно поворачивающегося зеркала. Шаг перемещения по поверхности графита составлял 5 мкм по двум координатам. Параболический профиль получается шаг за шагом из большого количества цилиндрических отверстий, проделываемых лазерным пучком. Такой метод предпочтителен для сравнительно больших радиусов кривизны, порядка нескольких долей миллиметра. Он позволяет изготавливать довольно глубокий рельеф порядка одного миллиметра.

В настоящей работе применялся метод активной проекции, схема которого показана на рис. 1. Использовался лазер на парах меди, изготовленный НПО "Мехатрон ЛТ". Лазер работает на длине волны $\lambda = 510.6$ и 578.2 нм, длительность импульса t = 20 нс, частота импульсов f = 16 кГц.

Уменьшенное в 200 раз изображение маски проектировалось на полированную поверхность стеклографитового блока, который служил одним из зеркал резонатора. Маска располагалась внутри резонатора и представляла собой окно, вырезанное в форме зеркально отображенной параболы в тонком листе металла. Это окно соответствует области, которую необходимо удалить из объема стеклографитового блока. Размещение обрабатываемого материала внутри резонатора позволило использовать высокую плотность излучения для испарения стеклографита и в то же время не заботиться о маске, так как лазерная генерация происходила лишь сквозь окно в маске.



Рис. 1. Схема для изготовления линз проекционным методом: *1* – сферическое зеркало; *2* – маска; *3* – лазер; *4* – плоское зеркало; *5* – проектирующая линза (объектив); *6* – заготовка стеклографита.



Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение планарной рентгеновской линзы из стеклографита СРЛ-7.

Время изготовления или, точнее, прожигания элементарной линзы зависело от фокусного расстояния проекционной линзы и в любом случае не превышало нескольких секунд. После прожигания одной элементарной линзы стеклографитовый блок сдвигался относительно лазерного луча вдоль оси линзы для изготовления следующего элемента. Необходимо подчеркнуть, что уменьшение изображения маски соответственно приводит к пропорциональному уменьшению шероховатостей и неровностей края маски. В течение процесса прожигания элементарной линзы вводилось небольшое изменение положения фокуса внутри объема образца для достижения необходимой глубины профиля. Отметим, что в течение процесса прожигания поверхностного слоя стеклографита добротность резонатора резко падала. Это привело к практическому ограничению глубины структуры, создаваемой данным методом.

Параметры линз, описанных в настоящей работе, представлены в табл. 1. Линзы были изготовлены в двух блоках стеклографита размером 20 мм вдоль оси составной линзы и толщиной 5 мм. Каждая составная линза начиналась на переднем крае блока. В конце каждой линзы с помощью лазера были проделаны глубокие и широкие канавки до конца блока для вывода излучения из линзы. На рис. 2 показано полученное в сканирующем электронном микроскопе изображение фрагмента линзы СРЛ-7. Линза состоит из семи элементарных двояковогнутых линз с радиусом кривизны параболы 5 мкм. Глубина структуры составляет примерно 50 мкм, геометрическая апертура – 40 мкм. Минимальное расстояние между параболами равно 20 мкм. Составная линза СРЛ-200 состоит из 200 элементарных линз и имеет аналогичные параметры.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Эксперимент был выполнен на станции ВМ-5 Европейского центра синхротронного излучения (ESRF, Гренобль, Франция). Схема эксперимента показана на рис. 3. Поперечные размеры источника излучения (электронного облака в накопителе) составляли 350 × 80 мкм в горизонтальной и вертикальной плоскостях соответственно. Расстояние от источника до рентгеновской линзы равнялось $r_s = 40$ м. Между источником и линзой находился монохроматор, входящий в стандартное оборудование станции ВМ-5. В монохроматоре использовались два монокристалла кремния Si(111). Для отсечки третьей гармоники второй кристалл был отвернут от точного угла Брэгга на угол, равный 20% от ширины угловой области отражения.

Составные рефракционные линзы устанавливались за монохроматором. Расстояние *r*_{is} от линзы до

Таблица 1. Параметры изготовленных линз

Название линз	Число двояковогну- тых элементов, N	Радиус кривиз- ны <i>R</i> , мкм	Тонкая часть двояковог- нутого элемента <i>d</i> , мкм	Глубина релье- фа <i>h</i> , мкм	Геометрическая апертура А, мкм
СРЛ-7	7	5	≤20	≈50	40
СРЛ-200	200	5	≤20	≈50	40

позиционно-чувствительного детектора равнялось расстоянию от линзы до изображения источника, зависящему от параметров линзы и используемой энергии. В качестве детектора мы использовали высокоразрешающий позиционно-чувствительный детектор FReLoN (название является аббревиатурой от слов Fast Readout Low Noise), разработанный в ESRF на базе ПЗС-матрицы [8] для регистрации изображения с разрешением 2048 × 2048 точек. Один пиксель этой камеры соответствует 0.75 мкм. FReLoN-камера устанавливалась на расстоянии $r_{pc} = 10$ см от линз для регистрации фазоконтрастных изображений линзы [9], позволяющих анализировать ее внутреннюю структуру.

На рис. 4 показано изображение планарной параболической линзы СРЛ-7. Серое поле слева соответствует прямому монохроматизированному пучку СИ (E = 20 кэВ). Темное поле справа представляет собой тень от пластины стеклографита, содержащей в себе линзы. Большой конус с основанием в левой части и вершиной в правой части – это изображение канавки, сделанной после линзы для выхода излучения. В верхней части конуса можно рассмотреть изображение линзы, которое представляет собой немного расширяющийся малый конус. Расположив FReLoN-камеру на расстоянии r_{is} = 47 см от линзы СРЛ-7, которое соответствует изображению источника, мы получили фокусную линию с полушириной 2.7 мкм. Расчетная ширина фокуса составляет 0.9 мкм.

Наиболее интересный результат был получен с составной планарной параболической линзой СРЛ-200 (рис. 5). На вставке рис. 5 показано изображение линейного фокуса, измеренного при помощи FReLoN-камеры, расположенной на расстоянии наилучшей фокусировки (2.8 см при E == 25 кэВ). Измеренное значение ширины фокуса ограничивается разрешением FReLoN-камеры. Чтобы определить точное значение ширины фокуса, мы воспользовались ножевым сканированием. Процесс состоит из регистрации интегральной интенсивности в различных положениях некоторого непрозрачного экрана (ножа) поперек фокуса. Производная от этой зависимости дает профиль фокуса. Ножевой скан фокуса показан на рис. 5 точками, производная – сплошной линией. Аппроксимация сплошной линии функцией Гаусса позволяет определить полуширину фокуса, равную 1.4 мкм.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В табл. 2 приведены полученные результаты тестированния линз, которые позволяют надеяться, что параболические линзы из стеклографита могут быть использованы для фокусировки синхротронного излучения. Линза СРЛ-200 имеет длину, сравнимую с длиной ее фокуса, следовательно, должны быть внесены некоторые по-



Рис. 3. Схема эксперимента по тестированию линз.



Рис. 4. Фазоконтрастное изображение планарной параболической составной линзы СРЛ-7.



Рис. 5. Ножевой скан изображения фокуса линзы СРЛ-200. Радиус кривизны 5 мкм, число двояковогнутых элементов 200, энергия E = 25 кэВ. Точки соответствуют значениям измеренных интенсивностей для различных положений ножа; сплошная линия соответствует производной. Полуширина кривой производной равна 1.4 мкм. На вставке показан линейный фокус, полученный при помощи FReLoN-камеры.

правки к формуле тонкой линзы [10]. К тому же эффективная апертура A_{eff} , рассчитанная с учетом поглощения, равна 50 мкм, что превышает

Линза	E, keV	Расчетное фокусное расстояние, см	Расчетный раз- мер фокуса, мкм	Экспериментальный размер фокуса, мкм	Экспериментальное усиление
СРЛ-7	20	47	0.9	2.7	3.0
СРЛ-200	25	2.8	0.05	1.4	3.3

Таблица 2. Результаты тестирования линз

реальную апертуру испытываемой линзы СРЛ-200, которая составляет 40 мкм. Для линзы СРЛ-7 апертура еще более неоптимальна. Минимальный размер линейного фокуса был достигнут с линзой СРЛ-200. Однако это значение значительно больше, чем рассчитанный теоретически размер источника 0.05 мкм в случае идеального детектора. Следует отметить, что расчетный размер дифракционного предела фокального пятна для этой линзы составляет всего 0.01 мкм. Причинами уширения фокуса могут быть как ограничение разрешения при методе ножевого сканирования, так и дефекты внутри материала и отклонение реального контура поверхности линзы от параболы.

Следует подчеркнуть, что, в отличие от линз, изготовленных из алюминия и кремния, где размер фокуса всегда близок к расчетному значению, для линз, сделанных из пластика, часто наблюдается большой размер фокуса [11]. Мы предполагаем, что главной причиной уширения фокуса в случае линз из стеклографита является малоугловое рассеяние на неоднородностях плотности стеклографита. Хорошо известно, что стеклографит имеет поры, средний диаметр которых равен 10 мкм. На очень большом расстоянии такая пора может рассматриваться как точечный дефект, сдвигающий фазу волны на некоторое малое значение.

К сожалению, изготовленные образцы не обеспечивают расчетные значения усиления. Очевидны следующие причины. Во-первых, параболическая поверхность недостаточно гладкая, что хорошо видно на электронно-микроскопических снимках. Эта причина может быть устранена в следующем технологическом исполнении линз. Вторая причина – это наличие пористой структуры в стеклографите. Как было упомянуто выше, плотность стеклографита составляет 1.5 г/см³, что значительно меньше, чем плотность пирографита (2.25 г/см³). Такая пористая структура должна обеспечивать относительно интенсивное малоугловое рассеяние. Мы планируем использовать пирографит для получения планарных преломляющих составных линз, используя ту же лазерную технологию. Представляется интересным дальнейшее изучение преломляющих линз из стеклографита, в частности, получение фазоконтрастных изображений тонкой пластинки с целью регистрации отдельных пор для проверки этой гипотезы.

Следует отметить два возможных применения разработанных линз. Во-первых, благодаря малому размеру фокуса их можно использовать в микроисследованиях, таких как микроэлементный анализ, микротомография, в исследованиях на станциях с высоким давлением, исследованиях поверхности и при микроизмерениях EXAFS. Другое их применение следует из хорошей термостойкости и радиационной стойкости стеклографита. Такие линзы могут быть использованы в качестве первого элемента экспериментальной схемы для предварительной коллимации пучка перед монохроматором. Это увеличит производительность монохроматора. Мы также надеемся получить фокус субмикронного размера и относительно высокое усиление с развитием технологии.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (гранты № 03-02-16971, № 05-02-08083, № 05-02-16702).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Lengeler B. //* Nature. 1996. V. 384. P. 49.
- Elleaume P. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 1998. V. 412. P. 483.
- 3. Nohammer B., Hoszowska J., Freund A.K. et al. //J. Synchrotron Rad. 2003. V. 10. P. 168.
- 4. Artemiev A.N., Snigirev A.A., Kohn V.G. et al. // Crystallography Reports. 2004. V. 49. Suppl. 1. P. S166.
- 5. Nazmov V., Reznikova E., Somogyi A. et al. // SPIE. 2004. V. 5539. P. 235.
- 6. *Zhao J.*, *Alp E.*, *Toellner T.*, *Sturmahn W. et al.* // Rev. Sci. Instrum. 2002. V. 73. № 3. P. 1611.
- Lengeler B., Schroer C.G., Richwin M. et al. // Appl. Phys. Lett. 1999. V. 74. № 26. P. 3924.
- http://www.esrf.fr/computing/bliss/guides/detection/ccd/ frelon.
- Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. P. 5486.
- 10. *Кон В.Г. //* Изв. АН. Сер. физ. 2004. Т. 68. № 4. С. 468.
- 11. Cremer J.T., Piestrup M.A., Beguiristain H.R. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1999. V. 70. № 9. P. 3545.

Planar X-Ray Parabolic Lenses with a Small Curvature Radius Made of Glassy Carbon

A. N. Artemiev, A. A. Snigirev, V. G. Kohn, I. I. Snigireva, N. A. Artemiev, M. V. Grigoriev, L. S. Glikin, M. S. Levtonov, V. V. Kvardakov, A. V. Zabelin, A. G. Maevskiy

Parabolic planar compound refractive lenses made of glassy carbon, and experimental results of synchrotron radiation focusing were presented. The lenses with the curvature radius of 5 μ m, and with the geometric aperture of 40 μ m were developed. The number of biconcave elements in the compound lenses was 7 and 200. The planar lens allows one to obtain a linear focus of the length comparable with the depth of the surface parabolic profile. The experiments were performed at the European Synchrotron Radiation Facility at the bending magnet beamline BM-5. The minimum size of the focus was observed as 1.4 μ m, which was larger than the theoretical estimation. The reasons of the focus broadening were discussed.